

温度可変 NMR の測定

2003.2.14 Revised by Eri Goto

VTNMR に用いる重溶媒の沸点、融点をあらかじめチェックすること。

1. 用いるコマンドについて

vttype 0: 温度可変しないモード
2: 温度可変するモード

temp 摂氏での温度。'n' の場合は温度可変測定停止を意味する。

測定の前に vttype?<Return> でモードを確認する

なお、vttype をタイプしないと temp のコマンドは効かない。

必ず vttype が 2 になったモードで temp を設定すること（特に測定終了時などは注意！）

2. 高温測定（室温+5°C から 100°C 以下まで）

外部装置は使用しない（マグネットの内部温度コントローラを使用）

設定温度と現在の温度が大きく異なっているとコントローラの安全回路が働き、コントローラがリセットすることがある。これは異常ではないが、その場合、20°C 程度ごとに少しずつ温度を変える。

高温の場合、温度はすぐにあがる。

(i) コンプレッサーを ON

(ii) サンプル挿入、測定条件のセットアップ

(iii) vttype=2 su <Return> 温度可変モードにする

(iv) temp=_____ 測定したい温度を入力する。

(v) コンソールの温度が設定した温度より 10°C 程度下になったら su <Return>

パラメータを読み込んだ後など、su<Return> すると、温度パラメータはリセットされるので、ステータスウィンドウを常にチェックし、「vt」が「not used」にならないよう気を付けること。

設定温度に達したら、サンプル温度が設定温度に近くなるよう 10~15 分ほど待つ。

(vi) 後は通常通りの測定（ロック、シム調整を忘れない！）

⇒温度がコントローラに表示される、LED が点滅する。途中、温度の変化がゆっくりになることがあるが、これは、正確に温度をコントロールするため異常ではない。温度が設定温度に達すると LED が点灯する。

⇒ロック、シム温度により変化する（チューニングも）ので、これらを調整して測定する。測定がうまくいかない場合、チューニングを行うこと。

(vii) 測定終了

temp='n' su <Return>

として温度コントロールを切り、しばらく待ってプローブとサンプルが室温くらいに冷えてから、サンプルを取り出す。

vttype=0 su <Return> 温度可変測定をしないモードに戻す。

3. 低温測定（室温+5°C から -100°C まで）

外部低温装置を使用する。

⇒AIR-JET でかなり低温に冷却し、それを温度コントローラで加熱して設定温度にする、という制御の仕組み。測定の問題は結露であり、長時間測定すると結露する可能性があるの

で注意すること。

- (i) コンプレッサーを ON、2 時間程待つ。(空気を乾燥し、結露を防ぐため)
- (ii) AIR-JET を ON、1 時間程待つ。(これも結露防止策)
- (iii) サンプル挿入、測定条件のセットアップ
- (iv) 低温装置を ON、温度設定。
温度デジタル表示の上段が実際の温度、下段が設定温度を表す。
上段、「HEAT」点灯時は、温度が安定していることを示す。
⇒低温装置の温度は目的の温度より 10°C 低めにセット。セットした温度を加熱することで温度コントロールをする。
これ以下は加熱の時と同じ
- (v) `vttype=2 su <Return>` 温度可変モードにする
- (vi) `temp=_____`
- (vii) コンソールの温度が設定した温度より 10°C 程度上になったら `su <Return>`
20°C くらい徐々に温度を下げていくこと。低温装置とコンピュータの温度設定、2 つ同時に行うので注意。
パラメータを読み込んだ後など、`su<Return>` すると、温度パラメータはリセットされるので、ステータスウィンドウを常にチェックし、「vt」が「not used」にならないよう気を付けること。
設定温度に達したら、サンプル温度が設定温度に近くなるよう 10~15 分ほど待つ。
- (viii) 後は通常通りの測定(ロック、シム調整を忘れない!)
⇒温度がコントローラに表示される、LED が点滅する。途中、温度の変化がゆっくりになることがあるが、これは、正確に温度をコントロールするためで異常ではない。温度が設定温度に達すると LED が点灯する。
⇒ロック、シム温度により変化する(チューニングも)ので、これらを調整して測定する。測定がうまくいかない場合、チューニングを行うこと。
- (ix) 測定終了
`temp='n' su <Return>`
として温度コントロールを切り、しばらく待ってプローブとサンプルが室温くらいに戻ってから、サンプルを取り出す。
`vttype=0 su <Return>` 温度可変測定をしないモードに戻す。

(実験例) -20°C 、 0°C 、 25°C 、 40°C 、 60°C で、 $^{31}\text{P}\{^1\text{H}\}$ NMR 測定するとき。

1. コンプレッサーを ON にし、2 時間待つ。
2. AIR-JET を ON。
3. 標準サンプルのチューニングを行う。
4. `vtype=2 su <Return>`
5. 外部温度コントローラの設定温度を目的温度の 10°C マイナスに設定。
6. `temp=-20`
コンソールの温度が、 -20°C 位になったら `su <Return>`
さらに、温度が安定し、サンプルが冷えるのを待つ。
7. LED ランプが点灯したらロック、シム調整をして測定、データ保存。
8. 外部温度コントローラの設定温度を -10°C にする。
9. `temp=0`
コンソールの温度が、 -10°C 位になったら `su <Return>`
さらに、温度が安定し、サンプルが温まるのを待つ。
10. `su <Return >`
11. LED ランプが点灯したらロック、シム調整をして測定、データ保存。
12. 外部温度コントローラの設定温度を 15°C にする。
13. `temp=25`
コンソールの温度が、 -5°C 位になったら `su <Return>`
さらに、温度が安定し、サンプルが温まるのを待つ。
14. LED ランプが点灯したらロック、シム調整をして測定、データ保存
 $40, 60^{\circ}\text{C}$ は 12 ~ 14 を繰り返す。 40°C の測定付近では AIR-JET は OFF しても良い。AIR-JET を OFF した 1 時間後、外部温度コントローラの電源を OFF すること (冷却空気をマグネットに流すと、内部が結露するため)。
15. 測定終了。`temp='n' su <ENTER>`
しばらく待ってプローブとサンプルが室温くらいに戻ってから、サンプルを取り出す。
16. `vtype=0 su <ENTER>`
コンソールの温度を確認すること。外部温度コントローラの電源を OFF することを忘れないこと

注意

- ・ 100°C 以上の高温測定もしくは -100°C 以下の低温測定をするときには、三方先生に相談すること。
- ・ 低温装置は 12 時間以上連続作動させると結露により調子が悪くなるため、ON してからの待機時間も含めて 12 時間以上の測定は不可能!